

生食発1012第2号
令和4年10月12日

各 検疫所長 殿

大臣官房生活衛生・食品安全審議官
(公 印 省 略)

「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」の一部改正について

今般、農薬、飼料添加物及び動物用医薬品に関する試験法に係る知見の集積等を踏まえ、「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」（平成17年1月24日付け食安発第0124001号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知）別添について、下記のとおり改正する。

については、関係者へ周知するとともに、その運用に遺漏なきよう取り計らわたい。

記

- 1 目次を別紙1のとおり改める。
- 2 「第3章 個別試験法」に、別紙2のとおり次の試験法に係る記載を加える。
 - ・アセトクロール試験法（農産物）
 - ・アバメクチン試験法（農産物）
 - ・アバメクチン試験法（畜産物）
 - ・クロルメコート試験法（畜産物）
 - ・シクロプロトリン試験法（農産物）
 - ・シクロプロトリン試験法（水産物）
 - ・ビコザマイシン試験法（畜水産物）

目次

第1章 総則

第2章 一斉試験法

- ・GC/MSによる農薬等の一斉試験法（農産物）
- ・LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅰ（農産物）
- ・LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅱ（農産物）
- ・GC/MSによる農薬等の一斉試験法（畜水産物）
- ・LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅰ（畜水産物）
- ・LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅱ（畜水産物）
- ・LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅲ（畜水産物）
- ・LC/MSによる動物用医薬品等の一斉試験法Ⅰ（畜水産物）
- ・HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法Ⅱ（畜水産物）
- ・HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法Ⅲ（畜水産物）

第3章 個別試験法

- ・BHC、 γ -BHC、DDT、アルドリン及びディルドリン、エタルフルラリン、エトリジアゾール、エンドリン、キントゼン、クロルデン、ジコホール、テクナゼン、テトラジホン、テフルトリン、トリフルラリン、ハルフェンプロックス、フェンプロパトリン、ヘキサクロロベンゼン、ヘプタクロル、ベンフルラリン並びにメトキシクロール試験法（農産物）
- ・2,4-D、2,4-DB及びクロプロップ試験法（農産物）
- ・2,4-D、2,4-DB及びクロプロップ試験法（畜水産物）
- ・2,2-DPA試験法（農産物）
- ・DCIP試験法（農産物）
- ・DBEDC試験法（農産物）
- ・EPN、アニコホス、イサゾホス、イプロベンホス、エチオン、エディフェンホス、エトプロホス、エトリムホス、カズサホス、キナルホス、クロルピリホス、クロルピリホスメチル、クロルフェンビンホス、シアノホス、ジスルホトン、ジメチルビンホス、ジメトエート、スルプロホス、ダイアジノン、チオメトン、テトラクロルビンホス、テルブホス、トリアゾホス、トリブホス、トルクロホスメチル、パラチオン、パラチオンメチル、ピペロホス、ピラクロホス、ピラゾホス、ピリダフェンチオン、ピリミホスメチル、フェナミホス、フェニトロチオン、フェンスルホチオン、フェンチオン、フェントエート、ブタミホス、プロチオホス、プロパホス、プロフェノホス、プロモホス、ベンスリド、ホキシム、ホサロン、ホスチアゼート、ホスファミドン、ホスメット、ホレート、マラチオン、メカルバム、メタクリホス、メチダチオン及びメビンホス試験法（農産物）
- ・EPTC試験法（農産物）
- ・EPTC試験法（畜水産物）
- ・MCPA及びジカンバ試験法（農産物）

- S e c ーブチルアミン試験法（農産物）
- アクリナトリン、シハロトリン、シフルトリン、シペルメトリン、デルタメトリン及びトラロメトリン、ピフェントリン、ピレトリン、フェンバレレート、フルシトリネート、フルバリネート並びにペルメトリン試験法（農産物）
- アザペロン試験法（畜水産物）
- アシベンゾラルSメチル試験法（農産物）
- アジムスルフロ、ハロスルフロメチル及びフラザスルフロ試験法（農産物）
- アシュラム試験法（農産物）
- アシュラム試験法（畜産物）
- アセキノシル試験法（農産物）
- アセキノシル試験法（畜水産物）
- アセタミプリド試験法（農産物）
- アセタミプリド試験法（畜水産物）
- アセトクロール試験法（農産物）
- アセフェート、オメトエート及びメタミドホス試験法（農産物）
- アゾキシストロビン試験法（農産物）
- アゾキシストロビン、クミルロン及びシメコナゾール試験法（畜水産物）
- アゾシクロチン及びシヘキサチン試験法（農産物）
- アゾシクロチン及びシヘキサチン試験法（畜水産物）
- アニラジン試験法（農産物）
- アバメクチン試験法（農産物）
- アバメクチン試験法（畜産物）
- アビラマイシン試験法（畜産物）
- アミスルブロム試験法（農産物）
- アミトラズ試験法（農産物）
- アミトラズ試験法（畜産物）
- アミトロール試験法（農産物）
- アラクロール、イソプロカルブ、クレソキシムメチル、ジエトフェンカルブ、テニルクロール、テブフェンピラド、パクロブトラゾール、ビテルタノール、ピリプロキシフェン、ピリミノバックメチル、フェナリモル、ブタクロール、フルトラニル、プレチラクロール、メトラクロール、メフェナセット、メプロニル及びレナシル試験法（農産物）
- アラニカルブ試験法（農産物）
- アルジカルブ及びアルドキシカルブ、エチオフェンカルブ、オキサミル、カルバリル、ピリミカーブ、フェノブカルブ並びにベンダイオカルブ試験法（農産物）
- アルベンダゾール試験法（畜産物）
- アルベンダゾール、オキシベンダゾール、チアベンダゾール、フルベンダゾール及びメベンダゾール試験法（畜水産物）
- アルベンダゾール及びチアベンダゾール試験法（畜水産物）
- アンプロリウム及びデコキネート試験法（畜水産物）
- イオドスルフロメチル、エタメツルフロメチル、エトキシスルフロ、シノスルフロ

- ン、スルホスルフロロン、トリアスルフロロン、ニコスルフロロン、ピラゾスルフロロンエチル、プリミスルフロロンメチル、プロスルフロロン及びリムスルフロロン試験法（農産物）
- ・イソウロン、ジウロン、テブチウロン、トリフルムロン、フルオメツロン及びリニュロン試験法（農産物）
 - ・イソキサフルトール試験法（畜産物）
 - ・イソチアニル及びプロスルホカルブ試験法（農産物）
 - ・イソフェンホス試験法（農産物）
 - ・イソメタミジウム試験法（畜水産物）
 - ・イナベンフィド試験法（農産物）
 - ・イプフェンカルバゾン試験法（農産物）
 - ・イプフェンカルバゾン試験法（畜水産物）
 - ・イプロジオン試験法（農産物）
 - ・イベルメクチン、エブリノメクチン、ドラメクチン及びモキシデクチン試験法（畜水産物）
 - ・イマザピック、イマザピル、イマザモックスアンモニウム塩及びイマゼタピルアンモニウム塩試験法（農産物）
 - ・イマザリル試験法（農産物）
 - ・イマゾスルフロロン及びベンスルフロロンメチル試験法（農産物）
 - ・イミシアホス試験法（農産物）
 - ・イミダクロプリド試験法（畜水産物）
 - ・イミドカルブ試験法（畜水産物）
 - ・イミノクタジン試験法（農産物）
 - ・イミベンコナゾール試験法（農産物）
 - ・インダノファン試験法（農産物）
 - ・ウニコナゾールP試験法（農産物）
 - ・エスプロカルブ、クロルプロファミン、チオベンカルブ、ピリブチカルブ及びペンディメタリン試験法（農産物）
 - ・エチクロゼート試験法（農産物）
 - ・エチプロール試験法（農産物）
 - ・エチプロール試験法（畜水産物）
 - ・エテホン試験法（農産物）
 - ・エトキサゾール試験法（農産物）
 - ・エトキシキン試験法（農産物）
 - ・エトキシキン試験法（畜水産物）
 - ・エトフェンプロックス試験法（農産物）
 - ・エトフメセート試験法（農産物）
 - ・エトベンザニド試験法（農産物）
 - ・エマメクチン安息香酸塩試験法（農産物）
 - ・エマメクチン安息香酸塩試験法（畜水産物）
 - ・塩酸ホルメタネート試験法（農産物）
 - ・エンロフロキサシン、オキシリニック酸、オフロキサシン、オルビフロキサシン、サラフ

- ロキサシン、ジフロキサシン、ダノフロキサシン、ナリジクス酸、ノルフロキサシン及びフルメキン試験法（畜水産物）
- ・エンロフロキサシン、オキシリニック酸、オフロキサシン、オルビフロキサシン、サラフロキサシン、ジフロキサシン、ダノフロキサシン、ナリジクス酸、ノルフロキサシン、フルメキン及びマルボフロキサシン試験法（はちみつ）
 - ・オキサジアルギル試験法（農産物）
 - ・オキサジクロメホン及びフェノキサニル試験法（農産物）
 - ・オキシテトラサイクリン試験法（農産物）
 - ・オキシテトラサイクリン、クロルテトラサイクリン及びテトラサイクリン試験法（畜水産物）
 - ・オキシシン銅試験法（農産物）
 - ・オキシスポコナゾールフマル酸塩試験法（農産物）
 - ・オキシリニック酸試験法（農産物）
 - ・オクスフェンダゾール、フェバンテル及びフェンベンダゾール試験法（畜水産物）
 - ・オリサストロビン試験法（農産物）
 - ・オルトフェニルフェノール及びジフェニル試験法（農産物）
 - ・オルメトプリム、ジアベリジン、トリメトプリム及びピリメタミン試験法（畜水産物）
 - ・カスガマイシン試験法（農産物）
 - ・カフェンストロール、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シメトリン、チフルザミド、テトラコナゾール、テブコナゾール、トリアジメノール、フルジオキサニル、プロピコナゾール、ヘキサコナゾール及びペンコナゾール試験法（農産物）
 - ・カフェンストロール試験法（畜水産物）
 - ・カルタップ、ベンスルタップ及びチオシクラム試験法（農産物）
 - ・カルプロパミド試験法（農産物）
 - ・カルベンダジム、チオファネート、チオファネートメチル及びベノミル試験法（農産物及び畜水産物）
 - ・カルボキシシン試験法（農産物）
 - ・カルボスルファン、カルボフラン、フラチオカルブ及びベンフラカルブ試験法（農産物）
 - ・カンタキサンチン試験法（畜水産物）
 - ・キザロホップエチル試験法（農産物）
 - ・キノメチオネート試験法（農産物）
 - ・キャプタン、クロルベンジレート、クロロタロニル及びホルペット試験法（農産物）
 - ・キャプタン及びクロロタロニル試験法（畜水産物）
 - ・キンクロラック試験法（農産物）
 - ・キンクロラック試験法（畜産物）
 - ・クミルロン試験法（農産物）
 - ・グリチルリチン酸試験法（畜水産物）
 - ・グリホサート試験法（農産物）
 - ・グリホサート試験法（畜水産物）
 - ・グルホシネート試験法（農産物）

- ・クレソキシムメチル試験法（畜水産物）
- ・クレトジム試験法（農産物）
- ・クロサンテル試験法（畜水産物）
- ・クロジナホッププロパルギル試験法（農産物）
- ・クロチアニジン試験法（農産物）
- ・クロチアニジン試験法（畜産物）
- ・クロピラリド試験法（農産物）
- ・クロフェンテジン試験法（農産物）
- ・クロメプロップ試験法（畜水産物）
- ・クロラントラニリプロール試験法（農産物）
- ・クロリムロンエチル及びトリベヌロンメチル試験法（農産物）
- ・クロルスルフロロン及びメトスルフロロンメチル試験法（農産物）
- ・クロルフェナピル及びビフェノックス試験法（農産物）
- ・クロルフルアズロン、ジフルベンズロン、テブフェノジド、テフルベンズロン、フルフェノクスロン、ヘキサフルムロン及びルフェヌロン試験法（農産物）
- ・クロルメコート試験法（農産物）
- ・クロルメコート試験法（畜産物）
- ・ゲンタマイシン試験法（畜水産物）
- ・酢酸イソ吉草酸タイロシン試験法（畜水産物）
- ・酸化フェンブタスズ試験法（農産物）
- ・酸化プロピレン試験法（農産物）
- ・シアゾファミド試験法（農産物）
- ・シアナジン試験法（農産物）
- ・ジアフェンチウロン試験法（農産物）
- ・シアン化水素試験法（農産物）
- ・シエノピラフェン試験法（農産物）
- ・ジクラズリル及びナイカルバジン試験法（畜水産物）
- ・シクロキシジム試験法（農産物）
- ・ジクロシメット試験法（農産物）
- ・シクロスルファミロン試験法（農産物）
- ・ジクロフルアニド及びトリルフルアニド試験法（農産物）
- ・シクロプロトリン試験法（農産物）
- ・シクロプロトリン試験法（水産物）
- ・ジクロベニル試験法（魚介類）
- ・ジクロベニル及びフルオピコリド試験法（農産物）
- ・ジクロメジン試験法（農産物）
- ・ジクロルボス及びトリクロルホン試験法（農産物）
- ・ジクワット、パラコート及びメピコートクロリド試験法（農産物）
- ・ジチアノン試験法（農産物）
- ・ジチオカルバメート試験法（農産物及び畜水産物）

- ・ジチオピル及びチアゾピル試験法（農産物）
- ・ジニコナゾール試験法（農産物）
- ・ジニコナゾール試験法（畜水産物）
- ・ジノカップ試験法（農産物）
- ・ジノテフラン試験法（農産物）
- ・ジノテフラン試験法（畜産物）
- ・シハロホップブチル及びジメテナミド試験法（農産物）
- ・ジヒドロストレプトマイシン及びストレプトマイシン試験法（農産物）
- ・ジヒドロストレプトマイシン、ストレプトマイシン、スペクチノマイシン及びネオマイシン試験法（畜水産物）
- ・ジフェニルアミン試験法（農産物）
- ・ジフェンゾコート試験法（農産物）
- ・ジフルフェニカン試験法（農産物）
- ・シフルメトフェン試験法（農産物）
- ・シプロジニル試験法（農産物）
- ・ジメチピン試験法（農産物）
- ・ジメトモルフ試験法（農産物）
- ・ジメトモルフ試験法（畜水産物）
- ・シモキサニル試験法（農産物）
- ・臭素試験法（農産物）
- ・シラフルオフエン試験法（農産物）
- ・シラフルオフエン試験法（畜水産物）
- ・ジルパテロール試験法（畜産物）
- ・シロマジン試験法（農産物）
- ・シロマジン試験法（畜産物）
- ・シンメチリン試験法（農産物）
- ・スピネトラム試験法（農産物）
- ・スピネトラム試験法（畜水産物）
- ・スピノサド試験法（農産物）
- ・スピノサド試験法（畜水産物）
- ・スピラマイシン試験法（畜水産物）
- ・スピロテトラマト試験法（農産物）
- ・スピロテトラマト試験法（畜水産物）
- ・スピロメシフェン試験法（農産物）
- ・スピロメシフェン試験法（畜水産物）
- ・スルファキノキサリン、スルファジアジン、スルファジミジン、スルファジメトキシ、スルファメトキサゾール、スルファメトキシピリダジン、スルファメラジン、スルファモノメトキシ及びスルフィソゾール試験法（畜水産物）
- ・スルファジミジン試験法（畜水産物）
- ・セトキシジム試験法（農産物）

- ・セファゾリン、セファピリン、セファレキシム、セファロニウム、セフォペラゾン及びセフロキシム試験法（畜水産物）
- ・セフキノム試験法（畜水産物）
- ・セフチオフル試験法（畜水産物）
- ・ゼラノール試験法（畜水産物）
- ・ダイムロン試験法（農産物）
- ・ダゾメット、メタム及びメチルイソチオシアネート試験法（農産物）
- ・ターバシル試験法（農産物）
- ・チアジニル試験法（農産物）
- ・チオジカルブ及びメソミル試験法（農産物）
- ・チルミコシン試験法（畜水産物）
- ・ツラスロマイシン試験法（畜産物）
- ・テクロフトラム試験法（農産物）
- ・デスメディファム試験法（農産物）
- ・テプラロキシジム試験法（農産物）
- ・テフリルトリオン及びメソトリオン試験法（農産物）
- ・デメトン-S-メチル及びオキシデメトンメチル試験法（農産物）
- ・テレフトラル酸銅試験法（農産物）
- ・ドキシサイクリン試験法（畜水産物）
- ・ドジン試験法（農産物）
- ・トリクラベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・トリクラベンダゾール試験法（畜産物）
- ・トリクラミド試験法（農産物）
- ・トリクロロ酢酸ナトリウム塩試験法（農産物）
- ・トリシクラゾール試験法（農産物）
- ・トリネキサパックエチル試験法（農産物）
- ・トリフルミゾール試験法（農産物）
- ・トリフロキシストロビン試験法（畜水産物）
- ・トリブロムサラン及びビチオノール試験法（畜水産物）
- ・トルトラズリル試験法（畜水産物）
- ・トルフェンピラド試験法（農産物）
- ・1-ナフトレン酢酸試験法（農産物）
- ・鉛試験法（農産物）
- ・ナラシン試験法（畜産物）
- ・ニコチン試験法（農産物）
- ・ニテンピラム試験法（農産物）
- ・ノシヘブタイド試験法（畜水産物）
- ・ノバルロン試験法（農産物）
- ・ノルフルラゾン試験法（農産物）
- ・バミドチオン試験法（農産物）

- ・バリダマイシン試験法（農産物）
- ・ハロスルフロンメチル試験法（畜水産物）
- ・ピオレスメトリン試験法（農産物）
- ・ピクロラム試験法（農産物）
- ・**ピコザマイシン試験法（畜水産物）**
- ・ビスピリバックナトリウム塩試験法（農産物）
- ・ヒ素試験法（農産物）
- ・ビフェナゼート試験法（農産物）
- ・ビフェナゼート試験法（畜産物）
- ・ヒメキサゾール試験法（農産物）
- ・ピメトロジン試験法（農産物）
- ・ピラクロストロビン試験法（農産物）
- ・ピラクロストロビン試験法（畜産物）
- ・ピラクロニル試験法（農産物）
- ・ピラスルホトール試験法（農産物）
- ・ピラスルホトール試験法（畜水産物）
- ・ピラゾキシフェン試験法（農産物）
- ・ピラフルフェンエチル試験法（農産物）
- ・ピリダベン試験法（農産物）
- ・ピリダリル試験法（農産物）
- ・ピリチオバックナトリウム塩試験法（農産物）
- ・ピリデート試験法（農産物）
- ・ピリフェノックス試験法（農産物）
- ・ピリフルキナゾン試験法（農産物）
- ・ピリミジフェン試験法（農産物）
- ・ピリミスルファン試験法（農産物）
- ・ピリメタニル試験法（農産物）
- ・ピルリマイシン試験法（畜水産物）
- ・ピンドン試験法（農産物）
- ・ピンドン試験法（畜水産物）
- ・ファモキサドン試験法（農産物）
- ・フィプロニル試験法（農産物）
- ・フィプロニル試験法（畜産物）
- ・フェノキサプロップエチル試験法（農産物）
- ・フェリムゾン試験法（水産物）
- ・フェンアミドン試験法（農産物）
- ・フェンアミドン試験法（畜産物）
- ・フェンチオン試験法（農産物）
- ・フェンチオン試験法（畜水産物）
- ・フェントラザミド試験法（農産物）

- ・フェントラザミド試験法（畜水産物）
- ・フェンピラザミン試験法（農産物）
- ・フェンピロキシメート試験法（農産物）
- ・フェンヘキサミド試験法（農産物）
- ・フェンヘキサミド試験法（畜水産物）
- ・フェンチン試験法（農産物）
- ・ブチレート試験法（農産物）
- ・プラジクアンテル試験法（畜水産物）
- ・フラメトピル試験法（農産物）
- ・ブリリアントグリーン及びメチレンブルー試験法（畜水産物）
- ・フルアジナム試験法（農産物）
- ・フルアジホップブチル試験法（農産物）
- ・フルエンスルホン試験法（農産物）
- ・フルオピコリド試験法（農産物）
- ・フルオピコリド試験法（畜水産物）
- ・フルオルイミド試験法（農産物）
- ・フルカルバゾンナトリウム塩試験法（農産物）
- ・フルシラゾール試験法（農産物）
- ・フルシラゾール試験法（畜水産物）
- ・フルスルファミド試験法（農産物）
- ・フルセトスルフロニ試験法（農産物）
- ・フルチアニル試験法（農産物）
- ・フルトラニル試験法（畜水産物）
- ・フルフェナセット試験法（農産物）
- ・フルベンジアミド試験法（農産物）
- ・フルベンダゾール試験法（畜産物）
- ・フルミオキサジン試験法（農産物）
- ・フルメツラム試験法（畜水産物）
- ・フルメトリン試験法（畜産物）
- ・プレドニゾロン試験法（畜産物）
- ・プロクロラズ試験法（農産物）
- ・プロシミドン試験法（農産物）
- ・プロチオコナゾール試験法（畜産物）
- ・ブロディファコウム及びワルファリン試験法（畜水産物）
- ・フロニカミド試験法（農産物）
- ・フロニカミド試験法（畜産物）
- ・プロパモカルブ試験法（農産物）
- ・プロパモカルブ試験法（畜水産物）
- ・プロヒドロジャスモン試験法（農産物）
- ・プロヘキサジオンカルシウム塩試験法（農産物）

- ・プロポキシカルバゾン試験法（農産物）
- ・プロポキシカルバゾン試験法（畜産物）
- ・フロルフェニコール試験法（畜水産物）
- ・ヘキサジノン試験法（畜産物）
- ・ヘキシチアゾクス試験法（農産物）
- ・ヘキシチアゾクス試験法（畜産物）
- ・ベダプロフェン試験法（畜水産物）
- ・ペンシクロン試験法（農産物）
- ・ベンジルアデニン試験法（農産物）
- ・ベンジルペニシリン試験法（畜水産物）
- ・ベンゾビシクロン試験法（農産物）
- ・ベントゾン試験法（農産物）
- ・ベンチアバリカルブイソプロピル試験法（農産物）
- ・ペンチオピラド試験法（農産物）
- ・ペントキサゾン試験法（農産物）
- ・ベンフレセート試験法（農産物）
- ・ボスカリド試験法（農産物）
- ・ボスカリド試験法（畜産物）
- ・ホスホマイシン試験法（畜水産物）
- ・ホセチル試験法（農産物）
- ・マレイン酸ヒドラジド試験法（農産物）
- ・マンジプロパミド試験法（農産物）
- ・ミクロブタニル試験法（農産物）
- ・ミルベメクチン及びレピメクチン試験法（農産物）
- ・ミロサマイシン試験法（畜水産物）
- ・メタアルデヒド試験法（農産物）
- ・メタゾスルフロン試験法（農産物）
- ・メタフルミゾン試験法（農産物）
- ・メタベンズチアズロン試験法（農産物）
- ・メタミトロン試験法（農産物）
- ・メチオカルブ試験法（農産物）
- ・1-メチルシクロプロペン試験法（農産物）
- ・メトコナゾール試験法（農産物）
- ・メトプレン試験法（農産物）
- ・メトリブジン試験法（農産物）
- ・メパニピリム試験法（農産物）
- ・メベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・モリネート試験法（農産物）
- ・ヨウ化メチル試験法（農産物）
- ・ラクトパミン試験法（畜水産物）

- ・ラフオキサニド試験法（畜水産物）
- ・リン化水素試験法（農産物）
- ・レバミゾール試験法（畜水産物）

(参考) 食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号）に規定する試験法

- ・ 2, 4, 5-T 試験法
- ・ アルドリン、エンドリン及びディルドリン試験法
- ・ イプロニダゾール、ジメトリダゾール、メトロニダゾール及びロニダゾール試験法
- ・ オラキンドックス及びカルバドックス試験法
- ・ カプタホール試験法
- ・ クマホス試験法
- ・ クレンブテロール試験法
- ・ クロラムフェニコール試験法
- ・ クロルスロン試験法
- ・ クロルプロマジン試験法
- ・ ゲンチアナバイオレット試験法
- ・ 酢酸トレンボロン試験法
- ・ 酢酸メレンゲステロール試験法
- ・ ジエチルスチルベストロール試験法
- ・ ダミノジッド試験法
- ・ デキサメタゾン及びベタメタゾン試験法
- ・ 二臭化エチレン試験法
- ・ ニトロフラゾン試験法
- ・ ニトロフラントイン、フラゾリドン及びフラルタドン試験法
- ・ パラチオン試験法
- ・ プロチゾラム試験法
- ・ プロファム試験法
- ・ マラカイトグリーン試験法

アセトクロール試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

アセトクロール

塩基性条件下で EMA 【2-エチル-6-メチルアニリン】に変換される代謝物

塩基性条件下で HEMA 【2-(1-ヒドロキシエチル)-6-メチルアニリン】に変換される代謝物

2. 適用食品

穀類、豆類、種実類、とうもろこし（未成熟）

3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

4. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

4 級アンモニウム塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（150 mg） 内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラム管に、4 級アンモニウム塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体 150 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

アセトクロール標準品 本品はアセトクロール 95%以上を含む。

EMA 標準品 本品は EMA97%以上を含む。

HEMA 標準品 本品は HEMA95%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

穀類、豆類及び種実類の場合は、試料 10.0 g に水 20 mL を加え、30 分間放置する。とうもろこし（未成熟）の場合は、試料 20.0 g を量り採る。

これにメタノール 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にメタノール 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、メタノールを加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 20 mL（とうもろこし（未成熟）の場合は 10 mL）を分取し、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。

2) EMA及びHEMAへの変換

1) で得られた残留物にメタノール 4 mL を加えて溶かし、反応容器に移す。反応容器を氷冷しながら 50%水酸化ナトリウム溶液 4 mL を加え、密栓した後、120℃で 4 時間加熱する。反応容器を室温程度まで放冷した後、氷冷する。反応容器を開栓し、氷冷した反応液を、予め氷冷した水 30 mL に滴下する。反応容器を水 10 mL で洗い、洗液を合わせる。

3) 精製

4 級アンモニウム塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（150 mg）にアセトニトリル 2 mL 及び水 3 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに 2) で得られた溶液を注入した後、水 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（7：3）混液 4 mL

を注入し、溶出液にアセトニトリル及び水（7：3）混液を加えて正確に 10 mL としたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

EMA 標準品及び HEMA 標準品のアセトニトリル及び水（7：3）混液の溶液を数点調製し、それぞれ LC-MS/MS に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中 0.01 mg/kg（アセトクロール換算）に相当する試験溶液中濃度は 0.001 mg/L（アセトクロール換算）である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6. の検量線で EMA 及び HEMA の含量を求める。塩基性条件下で EMA 及び HEMA に変換される代謝物を含むアセトクロールの含量を求める場合には、次式により求める。

アセトクロール（塩基性条件下で EMA 及び HEMA に変換される代謝物を含む。）の含量
(ppm) = $A \times 1.995 + B \times 1.784$

A : EMA の含量 (ppm)

B : HEMA の含量 (ppm)

8. 確認試験

LC-MS/MS により確認する。

9. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒子径 3 μm

カラム温度：40℃

移動相：0.01 vol% ギ酸及び 0.01 vol% ギ酸・アセトニトリル溶液の混液（9：1）で 5 分間保持した後、（1：19）までの濃度勾配を 15 分間で行う。

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (m/z)

EMA：プリカーサーイオン 136、プロダクトイオン 119、117

HEMA：プリカーサーイオン 152、プロダクトイオン 119、91

注入量：3 μL

保持時間の目安：

EMA 15分

HEMA 9分

10. 定量限界

アセトクロール：0.01 mg/kg

塩基性条件下で EMA に変換される代謝物：0.01 mg/kg（アセトクロール換算）

塩基性条件下で HEMA に変換される代謝物：0.01 mg/kg（アセトクロール換算）

11. 留意事項

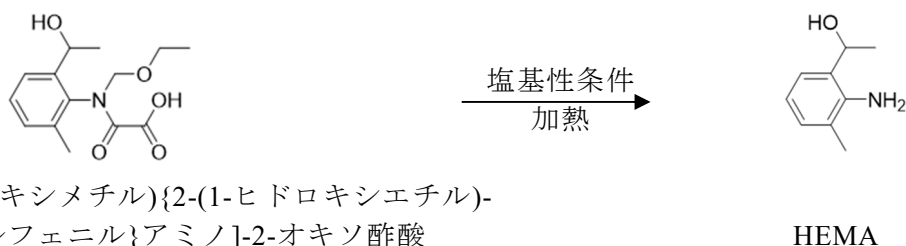
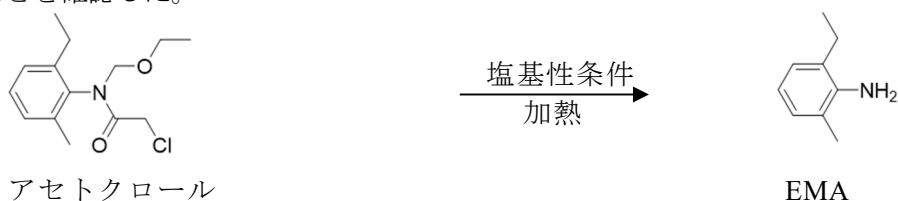
1) 試験法の概要

アセトクロール及びその代謝物を試料からメタノールで抽出した後、塩基性条件下で加熱して EMA 及び HEMA に変換し、4 級アンモニウム塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカ

ラムで精製した後、LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。なお、EMA 及び HEMA のそれぞれについて定量を行い、塩基性条件下で EMA 及び HEMA に変換される代謝物を含むアセトクロールの含量を求める場合には、EMA 及び HEMA の含量にそれぞれ換算係数を乗じてアセトクロールの含量に変換し、これらの和を分析値とする。

2) 注意点

- ① 抽出液の溶媒を除去する際、水が残る場合はエタノールを 10 mL 程度 (約 5 mL ずつ、2 回程度) 加えて濃縮するとよい。
- ② アセトクロール標準品を用いて添加回収試験を実施し、EMA への変換が十分に行われていることを確認すること。アセトクロールから EMA へ十分に変換すれば、HEMA への変換も行われると考えられる。なお、試験法開発時はアセトクロール標準品及び 2-[(エトキシメチル){2-(1-ヒドロキシエチル)-6-メチルフェニル}アミノ]-2-オキシ酢酸標準品を用いてそれぞれ EMA 及び HEMA へ変換することを確認した。



EMA及びHEMAへの変換

- ③ 抽出で得られた残留物をメタノールに再溶解した後、50%水酸化ナトリウム溶液を加えて混合するとやや発熱するため、EMA 及び HEMA が揮散するおそれがある。このため、反応容器を氷冷しながら、50%水酸化ナトリウム溶液を加える。
- ④ 変換反応ではアルミシールバイアル等の気密性の高い容器を用いる。
- ⑤ 変換反応後、反応液に水を加えると激しく発熱し、EMA 及び HEMA が揮散するおそれがある。このため、反応液を水で希釈する際は、氷冷した反応液を、予め氷冷した水に滴下する。
- ⑥ 変換反応後、反応液を水で希釈すると浮遊物が生成する可能性がある。ミニカラム精製においては浮遊物も含めてミニカラムに注入する。ミニカラムに注入する際、浮遊物をはじめに注入すると流速が遅くなる場合があるため、浮遊物をなるべく採らずに溶液を注入した後、少量残った浮遊物を洗浄操作で用いる水 (約 2 mL ずつ、3 回程度) に懸濁してミニカラムに注入するとよい。浮遊物は、この水に懸濁してミニカラムに注入する操作中に溶解する。なお、流速が遅い場合は必要に応じて吸引するとよい。

- ⑦ EMA 及び HEMA の LC-MS/MS 測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。

EMA

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 136、プロダクトイオン 119

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 136、プロダクトイオン 117

HEMA

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 152、プロダクトイオン 119

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 152、プロダクトイオン 91

- ⑧ HEMA の LC-MS/MS 測定で、感度が不足する場合は以下のイオンを使用するとよい。

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 134、プロダクトイオン 115

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 134、プロダクトイオン 119

- ⑨ 試験法開発時に検討した食品 : 大豆、とうもろこし (未成熟)

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

アバメクチン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

アベルメクチン B_{1a}

アベルメクチン B_{1b}

8,9-Z-アベルメクチン B_{1a}

2. 適用食品

農産物

3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

4. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

アベルメクチン B_{1a} 標準品 本品はアベルメクチン B_{1a} 95%以上を含む。

アベルメクチン B_{1b} 標準品 本品はアベルメクチン B_{1b} 95%以上を含む。

8,9-Z-アベルメクチン B_{1a} 標準品 本品は 8,9-Z-アベルメクチン B_{1a} 95%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 穀類、豆類及び種実類の場合

試料 10.0 g に水 20 mL を加え、30 分間放置する。これにアセトン 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 20 mL を分取し、40°C以下で濃縮して、アセトンを除去する。これに 10 w/v%塩化ナトリウム溶液 50 mL を加え、酢酸エチル 50 mL ずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に *n*-ヘキサン 30 mL を加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL ずつで3回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及びトルエン（3：1）混液 2 mL を加えて溶かす。

② 果実及び野菜の場合

試料 20.0 g にアセトン 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 10 mL を分取し、40°C以下で濃縮して、アセトンを除去する。これに 10 w/v%塩化ナトリウム溶液 50 mL を加え、酢酸エチル 50 mL ずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及びトルエン（3：1）混液 2 mL を加えて溶かす。

③ 茶の場合

試料 5.00 g に水 20 mL を加え、30 分間放置する。これに、アセトン 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 10 mL を分取し、40°C以下で濃縮して、アセトンを除去する。これに 10 w/v%塩化ナトリウム溶液 50 mL を加え、酢酸エチル 50 mL ずつで 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル 2 mL を加えて溶かす。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000 mg) にアセトニトリル 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに上記のアセトニトリル溶液を注入した後、さらにアセトニトリル 20 mL を注入し、負荷液を含む全溶出液を採り、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液 2 mL を加えて溶かす。

2) 精製

グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (500 mg/500 mg) にアセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液 25 mL を注入し、負荷液を含む全溶出液を採り、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリルに溶かし、正確に 1 mL としたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

各標準品をそれぞれアセトニトリルに溶かして標準原液を調製する。各標準原液を適宜混合してアセトニトリルで希釈した溶液を数点調製し、それぞれ LC-MS/MS に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、穀類、豆類、種実類、果実及び野菜にあつては、試料中 0.005 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は各化合物 0.005 mg/L である。茶にあつては、試料中 0.02 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は各化合物 0.005 mg/L である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6. の検量線でアベルメクチン B_{1a}、アベルメクチン B_{1b} 及び 8,9-Z-アベルメクチン B_{1a} の含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

9. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒子径 3 μm

カラム温度：40°C

移動相：5 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液及び 5 mmol/L 酢酸アンモニウム・アセトニトリル溶液の混

液 (1 : 9) で 1 分間保持した後、(1 : 19) までの濃度勾配を 7 分間で行い、(1 : 19) で 2 分間保持する。

イオン化モード : ESI (+)

主なイオン (m/z)

アベルメクチン B_{1a} : プリカーサーイオン 891、プロダクトイオン 567、305、145

アベルメクチン B_{1b} : プリカーサーイオン 877、プロダクトイオン 553、291、145

8,9-Z-アベルメクチン B_{1a} : プリカーサーイオン 891、プロダクトイオン 567、305、145

注入量 : 5 μ L

保持時間の目安

アベルメクチン B_{1a} : 5 分

アベルメクチン B_{1b} : 4 分

8,9-Z-アベルメクチン B_{1a} : 6 分

10. 定量限界

穀類、豆類、種実類、果実及び野菜 : 各化合物 0.005 mg/kg

茶 : 各化合物 0.02 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

アベルメクチン B_{1a}、アベルメクチン B_{1b} 及び 8,9-Z-アベルメクチン B_{1a} を試料からアセトンで抽出し、酢酸エチルに転溶する。穀類、豆類及び種実類の場合は、アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、茶の場合は、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製し、LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。アベルメクチン B_{1a}、アベルメクチン B_{1b} 及び 8,9-Z-アベルメクチン B_{1a} のそれぞれについて定量を行い、これらの含量の和を分析値とする。

2) 注意点

- ① 市販の標準品には、それぞれ互いの分析対象化合物を含有している場合があることから、混合標準溶液を調製する場合には単一物質として精製された標準品を用いること。
- ② 測定に際して食品マトリックスの影響がある場合には、試験溶液の希釈や測定条件の検討を行うことが望ましい。
- ③ アベルメクチン B_{1a}、アベルメクチン B_{1b} 及び 8,9-Z-アベルメクチン B_{1a} の LC-MS/MS 測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。

アベルメクチン B_{1a}

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 891、プロダクトイオン 567

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 891、プロダクトイオン 305

アベルメクチン B_{1b}

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 877、プロダクトイオン 553

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 877、プロダクトイオン 291

8,9-Z-アベルメクチン B_{1a}

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 891、プロダクトイオン 567

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 891、プロダクトイオン 305

- ④ 試験法開発時に検討した食品：玄米、大豆、ほうれんそう、ねぎ、ばれいしょ、オレンジ、りんご、茶

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

アバメクチン試験法（畜産物）

1. 分析対象化合物

アベルメクチンB_{1a}

アベルメクチンB_{1b}

8,9-Z-アベルメクチンB_{1a}

2. 適用食品

畜産物

3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

4. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

アベルメクチン B_{1a} 標準品 本品はアベルメクチン B_{1a} 95%以上を含む。

アベルメクチン B_{1b} 標準品 本品はアベルメクチン B_{1b} 95%以上を含む。

8,9-Z-アベルメクチン B_{1a} 標準品 本品は 8,9-Z-アベルメクチン B_{1a} 95%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 筋肉、肝臓及び腎臓の場合

試料 10.0 g にアセトン 50 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 25 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 100 mL とする。この溶液から正確に 10 mL を分取し、40°C以下で濃縮して、アセトンを除去する。これに 10 w/v%塩化ナトリウム溶液 50 mL を加え、酢酸エチル 50 mL ずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に *n*-ヘキサン 30 mL を加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL ずつで3回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル 2 mL を加えて溶かす。

② 脂肪及び乳の場合

試料 5.00 g にアセトン 50 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 25 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 100 mL とする。この溶液から正確に 20 mL を分取し、40°C以下で濃縮して、アセトンを除去する。これに 10 w/v%塩化ナトリウム溶液 50 mL を加え、酢酸エチル 50 mL ずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に *n*-ヘキサン 30 mL を加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL ずつで3回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル 2 mL を加えて溶かす。

2) 精製

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000 mg) にアセトニトリル 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル 20 mL を注入し、負荷液を含む全溶出液を採り、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリルに溶かし、正確に 1 mL としたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

各標準品をそれぞれアセトニトリルに溶かして標準原液を調製する。各標準原液を適宜混合してアセトニトリルで希釈した溶液を数点調製し、それぞれ LC-MS/MS に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中 0.005 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は 0.005 mg/L である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6. の検量線でアベルメクチン B_{1a}、アベルメクチン B_{1b} 及び 8,9-Z-アベルメクチン B_{1a} の含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

9. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒子径 3 µm

カラム温度：40°C

移動相：5 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液及び 5 mmol/L 酢酸アンモニウム・アセトニトリル溶液の混液 (1 : 9) で 1 分間保持した後、(1 : 19) までの濃度勾配を 7 分間で行い、(1 : 19) で 2 分間保持する。

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (*m/z*)

アベルメクチン B_{1a}：プリカーサーイオン 891、プロダクトイオン 567、305、145

アベルメクチン B_{1b}：プリカーサーイオン 877、プロダクトイオン 553、291、145

8,9-Z-アベルメクチン B_{1a}：プリカーサーイオン 891、プロダクトイオン 567、305、145

注入量：5 µL

保持時間の目安

アベルメクチン B_{1a}：5 分

アベルメクチン B_{1b}：4 分

8,9-Z-アベルメクチン B_{1a}：6 分

10. 定量限界

各化合物 0.005 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

アベルメクチン B_{1a}、アベルメクチン B_{1b} 及び 8,9-Z-アベルメクチン B_{1a} を試料からアセトンで抽出し、酢酸エチルに転溶する。アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。アベルメクチン B_{1a}、アベルメクチン B_{1b} 及び 8,9-Z-アベルメクチン B_{1a} のそれぞれについて定量を行い、これらの含量の和を分析値とする。

2) 注意点

- ① 市販の標準品には、それぞれ互いの分析対象化合物を含有していることがあることから、混合標準溶液を調製する場合には単一物質として精製された標準品を用いること。
- ② アベルメクチン B_{1a}、アベルメクチン B_{1b} 及び 8,9-Z-アベルメクチン B_{1a} の LC-MS/MS 測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。

アベルメクチン B_{1a}

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 891、プロダクトイオン 567

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 891、プロダクトイオン 305

アベルメクチン B_{1b}

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 877、プロダクトイオン 553

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 877、プロダクトイオン 291

8,9-Z アベルメクチン B_{1a}

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 891、プロダクトイオン 567

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 891、プロダクトイオン 305

- ③ 試験法開発時に検討した食品 : 牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、牛乳

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

クロルメコート試験法（畜産物）

1. 分析対象化合物

クロルメコートクロリド

2. 適用食品

畜産物

3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

4. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム（500 mg/500 mg） 内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラム管に、上層にグラファイトカーบอนを、下層にエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルを各 500 mg 充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

クロルメコートクロリド標準品 本品はクロルメコートクロリド 98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料 10.0 g に塩化ナトリウム 1 g 及び 1 vol%ギ酸 10 mL を加え、ホモジナイズした後、メタノール 50 mL を加え、さらにホモジナイズする。毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にメタノール 25 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様に遠心分離し、上澄液を採る。得られた上澄液を合わせ、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この溶液から正確に 5 mL を分取し、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に *n*-ヘキサン 5 mL を加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 5 mL ずつで 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40°C以下で約 1 mL に濃縮する。

2) 精製

グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム（500 mg/500 mg）に 0.1 mol/L 塩酸 10 mL 及びアセトニトリル 20 mL を順次注入し、流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた溶液を注入した後、さらにアセトニトリル 8 mL を注入し、負荷液を含む全溶出液を採り、溶出液をアセトニトリルで正確に 10 mL にしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

クロルメコートクロリド標準品のアセトニトリル溶液を数点調製し、それぞれ LC-MS/MS に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中 0.01 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は 0.0005 mg/L である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6. の検量線でクロルメコートクロリドの含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

9. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル基、陽イオン交換基及び陰イオン交換基を修飾したシリカゲル 内径 2.0 mm、長さ 100 mm、粒子径 3 µm

カラム温度：40°C

移動相：2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液及びメタノール（4：1）混液で1分間保持した後、（1：1）までの濃度勾配を2分間で行い、さらに（1：49）までの濃度勾配を2分間で行い、（1：49）で3分間保持する。

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (m/z)：プリカーサーイオン 122、プロダクトイオン 58、59

注入量：5 µL

保持時間の目安：3分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

クロルメコートクロリドを試料から塩化ナトリウム及びギ酸存在下メタノールで抽出し、アセトニリル/ヘキサン分配で脱脂する。グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製した後、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。なお、有効成分の一般名はクロルメコートクロリドであるが、農薬の品目名としてはクロルメコートが使用されている。

2) 注意点

- ① クロルメコートクロリドはガラス壁に吸着しやすいため、使用する器具類はポリプロピレン製を用いると良い。
- ② クロルメコートクロリドの LC-MS/MS 測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。
定量イオン (m/z)：プリカーサーイオン 122、プロダクトイオン 58
定性イオン (m/z)：プリカーサーイオン 122、プロダクトイオン 59
- ③ 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、牛乳、鶏の卵

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

シクロプロトリン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

シクロプロトリン

2. 適用食品

穀類

3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

4. 試薬、試液

以下に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

0.5 mol/L リン酸緩衝液（pH 7.0） リン酸水素二カリウム（ K_2HPO_4 ） 52.7 g 及びリン酸二水素カリウム（ KH_2PO_4 ） 30.2 g を量り採り、水約 500 mL に溶解し、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液又は 1 mol/L 塩酸を用いて pH を 7.0 に調整した後、水を加えて 1 L とする。

シクロプロトリン標準品 本品はシクロプロトリン 95%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料 10.0 g に水 20 mL を加え、30 分間放置する。これにアセトニトリル 50 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトニトリル 20 mL を加え、ホモジナイズした後、上記と同様に吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。この溶液から正確に 20 mL を分取し、塩化ナトリウム 10 g 及び 0.5 mol/L リン酸緩衝液（pH 7.0） 20 mL を加え、5 分間振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）にアセトニトリル 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに上記のアセトニトリル層を注入した後、アセトニトリル 5 mL を注入し、負荷液を含む全溶出液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及びトルエン（3 : 1）混液 2 mL を加えて溶かす。

2) 精製

グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム（500 mg/500 mg）に、アセトニトリル及びトルエン（3 : 1）混液 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル及びトルエン（3 : 1）混液 20 mL を注入し、負荷液を含む全溶出液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をメタノールに溶かし、正確に 1 mL としたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

シクロプロトリン標準品のメタノール溶液を数点調製し、LC-MS/MS に注入してピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中 0.01 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は 0.02 mg/L である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6. の検量線でシクロプロトリンの含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS/MS により確認する。

9. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒子径 3.5 μm

カラム温度：40°C

移動相：A 液及び B 液について下表の濃度勾配で送液する。

A 液：5 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液

B 液：5 mmol/L 酢酸アンモニウム・メタノール溶液

時間 (分)	A 液 (%)	B 液 (%)
0	90	10
3	30	70
13	10	90
15	10	90

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (m/z)：プリカーサーイオン 499、プロダクトイオン 257、181

注入量：2 μL

保持時間の目安：13 分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

シクロプロトリンを試料からアセトニトリルで抽出し、塩析で水を除いた後、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及びグラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製し、LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。

本法の「5. 試験溶液の調製」は、試料の濃縮率を除き「LC/MS による農薬等の一斉試験法 I (農産物)」に準拠したものである。

2) 注意点

- ① 他の農薬と同時に分析する可能性を考慮し、グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (500 mg/500 mg) からのシクロプロトリンの溶出には、「LC/MS による農薬等の一斉試験法 I (農産物)」に準拠して、アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液 20 mL を用いている。シクロプロトリンのみを分析対象とする場合には、アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液の液量を減らすことができる。標準液のみでの検討であるが、アセトニトリル及びトルエン

ン（3：1）混液 5 mL でグラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム（500 mg/500 mg）からシクロプロトリンを溶出できることを確認している。

② シクロプロトリンの LC-MS/MS 測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。

定量イオン（ m/z ）：プリカーサーイオン 499、プロダクトイオン 181

定性イオン（ m/z ）：プリカーサーイオン 499、プロダクトイオン 257

③ 試験法開発時に検討した食品：玄米

12. 参考文献

厚生労働省医薬・生活衛生局生活衛生・食品安全部長通知 生食発第 0620 第 1 号「LC/MS による農薬等の一斉試験法 I（農産物）」（平成 29 年 6 月 20 日）

13. 類型

C

シクロプロトリン試験法（水産物）

1. 分析対象化合物

シクロプロトリン

2. 適用食品

水産物

3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

4. 試薬、試液

以下に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

シクロプロトリン標準品 本品はシクロプロトリン 95%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料 10.0 g にアセトン 50 mL を加えてホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 25 mL を加えてホモジナイズした後、上記と同様に吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 100 mL とする。この溶液から正確に 20 mL を分取し、10 w/v% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、*n*-ヘキサン 50 mL 及び 25 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に *n*-ヘキサン 30 mL を加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL ずつで 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40°C 以下で 1 mL 以下に濃縮する。

2) 精製

① オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (2,000 mg) にアセトニトリル 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル 5 mL を注入し、負荷液を含む全溶出液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 19) 混液 1 mL を加えて溶かす。

② エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500 mg) にアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 19) 混液 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに①で得られた溶液を注入した後、アセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 19) 混液 10 mL を注入し、負荷液を含む全溶出液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をメタノールに溶かし、正確に 1 mL としたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

シクロプロトリン標準品のメタノール溶液を数点調製し、LC-MS/MS に注入してピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中 0.01 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は 0.02 mg/L である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6. の検量線でシクロプロトリンの含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS/MS により確認する。

9. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒子径 3.5 μm

カラム温度：40°C

移動相：A 液及び B 液について下表の濃度勾配で送液する。

A 液：5 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液

B 液：5 mmol/L 酢酸アンモニウム・メタノール溶液

時間 (分)	A 液 (%)	B 液 (%)
0	90	10
3	30	70
13	10	90
15	10	90

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (m/z)：プリカーサーイオン 499、プロダクトイオン 257、181

注入量：2 μL

保持時間の目安：13 分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

シクロプロトリンを試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及びエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラムで精製し、LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。

2) 注意点

① シクロプロトリンの LC-MS/MS 測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。

定量イオン (m/z)：プリカーサーイオン 499、プロダクトイオン 181

定性イオン (m/z)：プリカーサーイオン 499、プロダクトイオン 257

② 試験法開発時に検討した食品：うなぎ、しじみ

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

ビコザマイシン試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

ビコザマイシン

2. 適用食品

畜水産物

3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

4. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム（500 mg/500 mg） 内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラム管に、上層にトリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルを、下層にエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルを各 500 mg 充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

ビコザマイシン標準品 本品はビコザマイシン 95%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料 10.0 g に *n*-ヘキサン 50 mL を加え、ホモジナイズした後、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 50 mL を加え、さらにホモジナイズした後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離し、アセトニトリル層を採る。残留物及び *n*-ヘキサン層に *n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL を加えてホモジナイズした後、上記と同様に遠心分離し、得られたアセトニトリル層を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。この溶液から正確に 1 mL を分取して 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン及び *n*-ヘキサン（4 : 1）混液 5 mL を加えて溶かす。

2) 精製

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム（500 mg/500 mg）にアセトン 10 mL、アセトン及び *n*-ヘキサン（4 : 1）混液 10 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた溶液を注入した後、アセトン及び *n*-ヘキサン（4 : 1）混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン及び水（19 : 1）混液 15 mL を注入し、溶出液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル及び水（9 : 1）混液に溶かし、正確に 5 mL としたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

ビコザマイシン標準品のアセトニトリル及び水（9 : 1）混液の溶液を数点調製し、それぞれ LC-MS/MS

に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中 0.01 mg/kg に相当する試験溶液中の濃度は 0.0002 mg/L である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6. の検量線でビコザマイシンの含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS/MS により確認する。

9. 測定条件

(例)

カラム：スルホベタイン基結合型シリカゲル 内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒子径 3.5 μ m

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び 0.1 vol%ギ酸の混液 (9 : 1) から (1 : 1) までの濃度勾配を 10 分間で行い、10 分間保持する。

イオン化モード：ESI (－)

主なイオン (m/z)：プリカーサーイオン 301、プロダクトイオン 209、184

注入量：10 μ L

保持時間の目安：5 分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

ビコザマイシンを試料から *n*-ヘキサン存在下アセトニトリルで抽出し、トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製し、LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。

2) 注意点

① ビコザマイシンの LC-MS/MS 測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。

定量イオン (m/z)：プリカーサーイオン 301、プロダクトイオン 184

定性イオン (m/z)：プリカーサーイオン 301、プロダクトイオン 209

② 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、ブリ

12. 参考文献

なし

13. 類型

C